ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

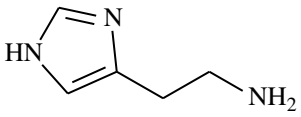
ФС.0.0.0000

Вводится впервые

ГИСТАМИНА ДИГИДРОХЛОРИД

Histamini dihydrochloridum

Histamine dihydrochloride



$C_5H_{11}Cl_2N_3$ M_r 184,1

[56-92-8]

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

2-(1*H*-Имидазол-4-ил)этан-1-амина дигидрохлорид.

Содержание: от 98,5 % до 101,0 % в пересчёте на сухое вещество.

СВОЙСТВА

***Описание*:** белый или почти белый кристаллический порошок или бесцветные кристаллы, гигроскопичный.

***Растворимость*:** очень легко растворима в воде, растворима в этаноле (96 %).

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Первая идентификация: А, Г.

Вторая идентификация: Б, В, Г.

А. **ИК-спектрометрия** (*ОФС «Спектрометрия в инфракрасной области»*).

Испытуемый образец: диски, приготовленные из 1 мг субстанции.

Образец сравнения: фармакопейный стандартный образец *гистамина дигидрохлорида.*

Б. Тонкослойная хроматография (см. раздел *Испытания. Гистидин*).

Требование: на хроматограмме испытуемого раствора (б) должна

ПРОЕКТ

обнаруживаться зона адсорбции, соответствующая по расположению, цвету и размеру основной зоне адсорбции на хроматограмме раствора сравнения (а).

В. 0,1 г испытуемого образца растворяют в 7 мл *воды Р* и прибавляют 3 мл раствора 200 г/л *натрия гидроксида Р*. 50 мг *сульфаниловой кислоты Р* растворяют в смеси 0,1 мл *хлороводородной кислоты Р* и 10 мл *воды Р*, прибавляют 0,1 мл *натрия нитрита раствора Р*. Прибавляют второй раствор к первому и перемешивают; должна появиться красная окраска.

Г. Испытуемый образец должен давать реакцию А на хлориды (*ОФС «Качественные реакции для идентификации»*).

ИСПЫТАНИЯ

Раствор S. 0,5 г испытуемого образца растворяют в *воде, свободной от углерода диоксида, Р,* приготовленной из *воды дистиллированной Р,* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10 мл.

Прозрачность раствора (*ОФС «Прозрачность и степень опалесценции (мутности) жидкостей»*). Раствор S должен быть прозрачным.

Цветность раствора (*ОФС «Степень окраски жидкостей», метод II*). Окраска раствора S не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения Y_7.

pH раствора (*ОФС «Потенциометрическое определение pH»*). От 2,85 до 3,60. Определение проводят с использованием раствора S.

Гистидин. Тонкослойная хроматография (*ОФС «Тонкослойная хроматография»*).

Испытуемый раствор (а). 0,5 г испытуемого образца растворяют в *воде Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10 мл.

Испытуемый раствор (б). 2 мл испытуемого раствора (а) доводят *водой Р* до объёма10 мл.

Раствор сравнения (а). 0,1 г фармакопейного стандартного образца *гистамина дигидрохлорида* растворяют в *воде Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10 мл.

ПРОЕКТ

Раствор сравнения (б). 50 мг *гистидина моногидрохлорида Р* растворяют в *воде Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 100 мл.

Раствор сравнения (в). 1 мл испытуемого раствора (а) смешивают с 1 мл испытуемого раствора (б).

Условия хроматографирования:

– *ТСХ пластинка со слоем силикагеля G Р*;

– *подвижная фаза: аммиака раствор концентрированный Р–вода Р–ацетонитрил Р* (5:20:75 *об/об/об*);

– *объём наносимой пробы*: по 1 мкл испытуемых растворов (а) и (б), растворов сравнения (а) и (б); 2 мкл раствора сравнения (в);

– *пробег фронта подвижной фазы*: дважды, не менее 15 см;

– *высушивание*: на воздухе после каждого хроматографирования;

– *детектирование*: опрыскивают *нингидрина раствором Р*, нагревают при температуре 110 °С в течение 10 мин.

Пригодность хроматографической системы (раствор сравнения (в)):

– должны обнаруживаться две чётко разделённые зоны адсорбции.

Предельное содержание:

– *гистидин*: не более 1 %, на хроматограмме испытуемого раствора (а) зона адсорбции, соответствующая гистидину, должна быть не интенсивнее зоны адсорбции на хроматограмме раствора сравнения (б).

Сульфаты (*ОФС «Сульфаты», методика 1*). Не более 0,1 %.

3 мл раствора S доводят *водой дистиллированной Р* до объёма 15 мл.

Потеря в массе при высушивании (*ОФС «Потеря в массе при высушивании»*). Не более 0,5 %.

0,20 г испытуемого образца высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С.

Сульфатная зола (*ОФС «Сульфатная зола»*). Не более 0,1 %.

Определение проводят с использованием 0,5 г испытуемого образца.

ПРОЕКТ

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

0,080 г испытуемого образца растворяют в 5,0 мл *0,01 М растворе хлороводородной кислоты* и 50 мл *этанола (96 %) Р* и титруют *0,1 М раствором натрия гидроксида,* определяя конечную точку титрования потенциометрически (*ОФС «Потенциометрическое титрование»*). Рассчитывают объём, добавленный между первой и третьей точками перегиба.

1 мл *0,1 М раствора натрия гидроксида* соответствует 9,203 мг $C_5H_{11}Cl_2N_3$.

ХРАНЕНИЕ

В герметичном контейнере, в защищённом от света месте.

ПРОЕКТ